

L2 ANSWER 1 OF 1 CA COPYRIGHT 2002 ACS
 AN 83:99698 CA
 TI Tablets containing fluorescent whiteners
 IN Boeck, Alexander; Jung, Dieter; Wuest, Willi
 PA Henkel und Cie. G.m.b.H., Ger.
 SO Ger. Offen., 14 pp. Addn. to Ger. Offen. 2,321,693.
 CODEN: GWXXBX
 DT Patent
 LA German
 IC D06L
 CC 46-5 (Surface Active Agents and Detergents)
 FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
	-----	---	-----	-----	-----
PI	DE 2362595	A1	19750626	DE 1973-2362595	19731217 <--
	DE 2362595	C2	19830120		

AB Tablets, useful with textile detergents, contg. a fluorescent whitener
 and

a binder comprising potato starch [9005-25-8] and degraded starch had
 better breaking resistance than tablets contg. only potato starch as the
 binder. Thus, tablets prepd. from a mixt. of Na 4,4'-bis(2-anilino-4-
 morpholino-s-triazin-6-ylamino)stilbene-2,2'-disulfonate 11.6, potato
 starch (18% water) 47.8, degraded starch (viscosity in 5% aq. soln. 4500
 cP) 30, cellulose (0.4 mm fibers) 5, carboxymethyl starch 3, Mg stearate
 0.5, Aerosil 0.6, and Na lauryl sulfate 1.5% had higher breaking
 resistance and dissolved faster in water, compared with tablets contg.
 nondegraded starch.

ST fluorescent whitener tablet binder; starch fluorescent whitener tablet;
 textile fluorescent whitener tablet

IT Binding materials

(starch, for tablets contg. fluorescent brighteners)

IT Fluorescent brighteners

(tablets contg., starch binders for)

IT 9005-25-8, uses and miscellaneous

RL: USES (Uses)

(binders, for tablets contg. fluorescent whiteners)

=>

This Page Blank (uspto)

DERWENT-ACC-NO: 1975-44574W
DERWENT-WEEK: 197527
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Optical brightener-contng. tablets - used with textile detergents and
contg. potato starch partly replaced by partly degraded starch

PATENT-ASSIGNEE: HENKEL & CIE GMBH[HENK]

PRIORITY-DATA: 1973DE-2362595 (December 17, 1973) , 1973DE-0321693 (January
9,
1974)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
DE 2362595 A	June 26, 1975	N/A	000	N/A
DE 2362595 C	January 20, 1983	N/A	000	N/A

INT-CL (IPC): D06L003/12

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 2362595A

BASIC-ABSTRACT: An optical brightener-contng. tablet, for use with textile
detergents, and contng. by wt. 1-25% micro-crystalline to fibrous cellulose in
addn. to optical brightener, untreated potato starch, Mg- and/or Ca soaps of
satd. 16-20C fatty acids, finely divided inorganic parting cpd. and opt.
wetting agents is given in the parent patent. In present modification,
untreated potato starch is replaced in part with partly degraded starch. Wt.
ratio potato starch: partly degraded starch is 5 : 1 to 1 : 2 (3 : 1 to 1 : 1).
Used in automatic washing machines. Gives improved solubility props. after
storage; and shorter disintegration times in cold water.

TITLE-TERMS:

OPTICAL BRIGHTEN CONTAIN TABLET TEXTILE DETERGENT CONTAIN
POTATO STARCH REPLACE
DEGRADE STARCH

DERWENT-CLASS: A97 D25

CPI-CODES: A03-A; A03-A05; A10-E05; A12-W12; D11-B01;

This Page Blank (uspto)

⑤1

Int. Cl. 2:

D 06 L 3 42

①9 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



DT 23 62 595 A1

①1

Offenlegungsschrift 23 62 595

②1

Aktenzeichen: P 23 62 595.8

②2

Anmeldetag: 17. 12. 73

④3

Offenlegungstag: 26. 6. 75

③0

Unionspriorität:

③2 ③3 ③1

⑤4

Bezeichnung:

Zur Verwendung mit Textilwaschmitteln geeignete, optische Aufheller enthaltende Tablette

⑥1

Zusatz zu:

P 23 21 693.5

⑦1

Anmelder:

Henkel & Cie. GmbH, 4000 Düsseldorf

⑦2

Erfinder:

Boeck, Alexander, Dipl.-Chem. Dr., 4000 Düsseldorf;
Jung, Dieter, Dipl.-Chem. Dr., 4010 Hilden; Wüst, Willi, Dipl.-Chem. Dr.,
4019 Monheim

ORIGINAL INSPECTED

2362595

P a t e n t a n m e l d u n g

D 4858

"Zur Verwendung mit Textilwaschmitteln geeignete, optische Aufheller enthaltende Tablette"

Zusatzanmeldung zur Patentanmeldung P 23 21 693.5 (D 4708)

Gegenstand der Hauptanmeldung P 22 63 940.3 ist eine zur Verwendung mit Textilwaschmitteln geeignete Tablette, gekennzeichnet durch einen Gehalt an 1 bis 40 Gew.-% mindestens eines optischen Aufhellers, 59,5 bis 95 Gew.-% native Kartoffelstärke, 0,2 bis 1,5 Gew.-% einer Magnesium- und/oder Calciumseife von gesättigten, 16 bis 20 Kohlenstoffatome aufweisenden Fettsäuren und 0,3 bis 3,0 Gew.-% mindestens eines feinteiligen anorganischen bzw. mineralischen Trennmittels.

Diese Tabletten weisen eine Reihe von vorteilhaften Eigenschaften, insbesondere eine geringe Zerfallszeit in kaltem Wasser auf, was für einen Einsatz der Mittel in Waschautomaten von besonderer Bedeutung ist, da für den Lösevorgang in den Einspülvorrichtungen nur begrenzte Wassermengen und Einspülzeiten zur Verfügung stehen. Es hat sich jedoch gezeigt, daß die Festigkeitseigenschaften der Tablette bei stärkerer mechanischer Beanspruchung unter Umständen nicht ausreichen, insbesondere wenn die verwendete Kartoffelstärke ein geringes Bindevermögen bzw. einen vergleichsweise niedrigen Wassergehalt, z.B. von 14 % und weniger, aufweist. Es kann dann während des Transportes der frisch verpreßten Tabletten bzw. in den Dosier- und Verpackungsvorrichtungen zu verstärktem Abrieb mit erhöhtem Pulveranfall oder auch zum Bruch der Tabletten kommen. Durch die vorliegende Erfindung wird dieser Nachteil verhindert, ohne daß sich die übrigen Eigenschaften der Tablette ungünstig verändern.

509826/0812

In der deutschen Zusatzpatentanmeldung P 23 21 693.5 (D 4708) wird daher vorgeschlagen, die Festigkeitseigenschaften der Tabletten durch einen zusätzlichen Gehalt von 1 bis 25 Gewichtsprozent an mikrokristalliner bis faserförmiger Cellulose zu verbessern. Diese Cellulose soll eine durchschnittliche Faserlänge von 0,001 bis 0,5 mm aufweisen. Die optimal anzuwendenden Mengen an Cellulose hängen von deren Faserlänge ab und zwar kommt eine solche mit einer Faserlänge von 0,001 bis 0,05 bevorzugt in Anteilen von 5 bis 25 Gewichtsprozent, eine solche mit einer Faserlänge von 0,05 bis 0,15 in Anteilen von 5 bis 15 Gewichtsprozent und eine solche mit einer Faserlänge von 0,15 bis 0,5 in Anteilen von 1 bis 5 Gewichtsprozent zur Anwendung, wobei außerdem die kurzfasrigen Sorten zweckmäßigerweise in granulierter Form vorliegen sollen.

Wie sich gezeigt hat, haben Tabletten der angegebenen Zusammensetzung jedoch den Nachteil, daß sich mit zunehmender Lagerungszeit ihre Lösungseigenschaften verschlechtern und die Zerfallszeiten in kaltem Wasser verlängern. Es bestand daher die Aufgabe, diesem Mangel durch eine geeignete Änderung der Tablettenrezeptur zu begegnen.

Gegenstand der Erfindung ist eine zur Verwendung mit Waschmitteln geeignete, optische Aufheller enthaltende Tablette nach Patent (Patentanmeldung P 23 21 693.5), dadurch gekennzeichnet, daß die darin enthaltene Kartoffelstärke teilweise durch eine partiell abgebaute Stärke ersetzt ist und das Gewichtsverhältnis von Kartoffelstärke zu partiell abgebauter Stärke 5 : 1 bis 1 : 2 beträgt.

Als partiell abgebaute Stärke eignet sich insbesondere ein Stärkepräparat, das durch thermischen Abbau im Vakuum in Gegenwart geringer Mengen Säure erhältlich ist und ggf. nachträglich durch Umsetzung mit geringen Mengen Formaldehyd vernetzt wird. Derartige Stärkepräparate weisen in 5%iger wäßriger Lösung bei 20° C eine Viskosität von 3 000 bis 6 000 cP, vorzugsweise 4 000 bis 5 000 cP auf und sind beispielsweise nach dem Verfahren gemäß Schweizer Patentschrift 256 502 erhältlich.

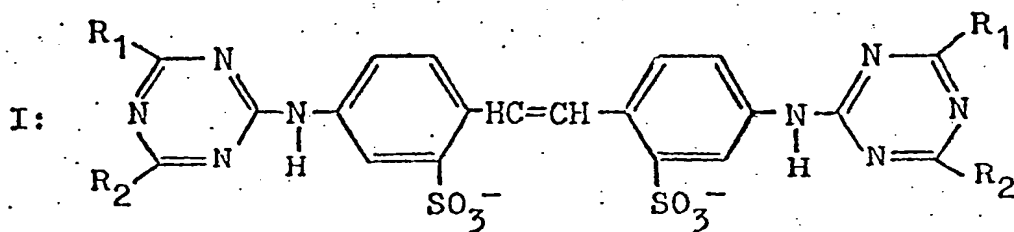
Vorzugsweise soll das Verhältnis von Kartoffelstärke zu abgebauter Stärke 3 : 1 bis 1 : 1 betragen. Sofern besonders ungünstige Lagerbedingungen, z.B. hohe Lagertemperaturen zu befürchten sind, hat es sich als vorteilhaft erwiesen, bis zu 6, insbesondere 1 bis 5 Gewichtsprozent einer Carboxymethylstärke hinzuzusetzen. Geeignet sind z.B. Carboxymethylstärken, die einen Substitutionsgrad von 0,15 bis 0,5 Carboxymethylgruppen pro Anhydroglukose-Einheit aufweisen.

Als weitere Mischungsbestandteile enthalten die Tabletten die in der Patentanmeldung P 23 21 693.5 beschriebenen faserförmigen Cellulosearten, wobei deren Anteil in Abhängigkeit von der Faserlänge zwischen 1 und 25 % schwanken kann. Aus der Reihe der in der Patentanmeldung P 23 21 693.5 beschriebenen Cellulosearten werden solche mit einer durchschnittlichen Faserlänge von 0,1 bis 0,5 mm bevorzugt verwendet, wobei die anzuwendenden Mengen 1 bis 5 % bezogen auf die Gesamtmenge der Inhaltsstoffe betragen.

Die Tabletten enthalten außerdem die in der Hauptanmeldung P 22 63 940.3 genannten Inhaltsstoffe, nämlich optische Aufheller, Kartoffelstärke, Magnesium- oder Calciumseifen von höhermolekularen, gesättigten Fettsäuren und mineralische, feinpulvrige Trennmittel sowie gegebenenfalls oberflächenaktive Netzmittel. Die Abmessungen der Tabletten sind die gleichen wie die gemäß Hauptanmeldung, d.h. der Durchmesser beträgt 10 bis 30 mm und die Dicke 2 bis 20 mm, wobei Tabletten mit einem größeren Durchmesser aus Festigkeitsgründen auch eine ausreichend große Dicke aufweisen sollen.

Die in den Tabletten enthaltenen optischen Aufheller können aus Derivaten der Aminostilbensulfonsäure bzw. der Diaminostilbensulfonsäure, der Diarylpyrazoline, des Carbostyrils, des 1,2-Di-(2-benzoxazolyl)- oder 1,2-Di-(benzimidazolyl)-äthylens, des Benzoxazolyl-thiophens und des Cumarins bestehen. Auch Gemische von optischen Aufhellern sind geeignet, insbesondere wenn unterschiedliche Textilien in einem Waschbad bzw. Textilien aus Mischgeweben gewaschen werden sollen. Derartige Gemische können beispielsweise aus Kombinationen von Baumwollaufhellern des Aminostilbendisulfonsäure-Typs mit Polyamid aufhellern vom Diarylpyrazolin-Typ oder Carbostyryl-Typs und/oder Polyester-Aufhellern bestehen.

Beispiele für Aufheller aus der Klasse der Diaminostilbendisulfonsäurederivate sind Verbindungen gemäß Formel I:

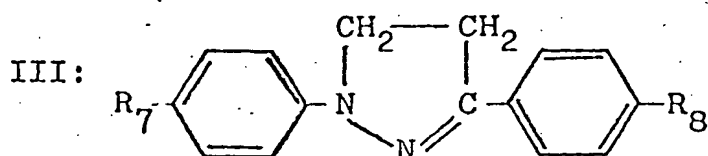
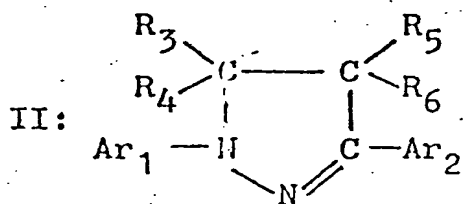


In der Formel können R_1 und R_2 Alkoxylgruppen, die Aminogruppe oder Reste aliphatischer, aromatischer oder heterocyclischer, primärer oder sekundärer Amine sowie Reste von Aminosulfonsäuren bedeuten, wobei in den obigen Gruppen vorhandene aliphatische Reste bevorzugt 1 - 4 und insbesondere 2 - 4 C-Atome enthalten, während es sich bei den heterocyclischen Ringsystemen meist um 5- oder 6-gliedrige Ringe handelt. Als aromatische Amine kommen bevorzugt die Reste des Anilins, der Anthranilsäure oder der Anilinsulfonsäure infrage. Von der Diaminostilbendisulfonsäure abgeleitete Aufheller werden meist als Baumwollaufheller eingesetzt. Es sind die folgenden, von der Formel I abgeleiteten Produkte im Handel, wobei R_1 den Rest $-NHC_6H_5$ darstellt und R_2 folgende Reste bedeuten kann:

5

$-\text{NH}_2$, $-\text{NHC}_6\text{H}_5$, $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$, $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$, $-\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$, $-\text{N}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$, $-\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_2$, Morpholino-, $-\text{NHC}_6\text{H}_5$, $-\text{NHC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$, $-\text{OCH}_3$. Einige dieser Aufheller sind hinsichtlich der Faseraffinität als Übergangstypen zu den Polyamidaufhellern anzusehen, z.B. der Aufheller mit $\text{R}_2 = -\text{NHC}_6\text{H}_5$. Zu den Baumwollaufhellern vom Diaminostilbendisulfonsäuretyp gehört weiterhin die Verbindung 4,4'-Bis-(4-phenyl-1,2,3-triazol-2-yl)-2,2'-stilbendisulfonsäure.

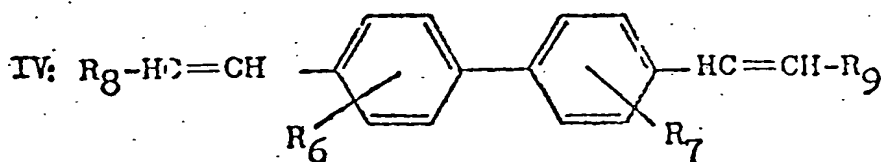
Zu den Polyamidaufhellern gehören Diarylpyrazoline der Formeln II und III:



In der Formel II bedeuten R_3 und R_5 Wasserstoffatome, ggf. durch Carboxyl-, Carbonamid- oder Estergruppen substituierte Alkyl- oder Arylreste, R_4 und R_6 Wasserstoff oder kurz-kettige Alkylreste, Ar_1 sowie Ar_2 Arylreste, wie Phenyl, Diphenyl oder Naphthyl, die weitere Substituenten tragen können, wie Hydroxy-, Alkoxy-, Hydroxyalkyl-, Amino-, Alkylamino-, Acylamino-, Carboxyl-, Carbonsäureester-, Sulfonsäure-, Sulfonamid- und Sulfongruppen oder Halogenatome. Im Handel befindliche Aufheller dieses Typs leiten sich von der Formel III ab, wobei der Rest R_7 die Gruppen Cl , $-\text{SO}_2\text{NH}_2$, $-\text{SO}_2\text{CH}=\text{CH}_2$ und $-\text{COOCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$ darstellen kann, während der Rest R_8 meist ein Chloratom bedeutet. Auch das 9-Cyanoanthracen ist zu den Polyamidaufhellern zu zählen.

Zu den Polyamidaufhellern gehören weiterhin aromatische oder aromatische substituierte Aminocumarine, z.B. das 4-Methyl-7-dimethylamino- oder das 4-Methyl-7-diäthylaminocumarin. Weiterhin sind als Polyamidaufheller die Verbindungen 1-(2-Benzimidazolyl)-2-(1-hydroxyäthyl-2-benzimidazolyl)-äthylen und 1-Äthyl-3-phenyl-7-diäthylamino-carbostyryl brauchbar. Als Aufheller für Polyester- und Polyamidfasern sind die Verbindungen 2,5-Di-(2-benzoxazolyl)-thiophen, 2-(2-Benzoxazolyl)-naphtho[2,3-b]-thiophen und 1,2-Di-(5-methyl-2-benzoxazolyl)-äthylen geeignet.

Weiterhin können Aufheller vom Typ der Diphenyl-distyryle der Formel IV anwesend sein.



wobei jeder der Reste R_6 und R_7 ein Wasserstoffatom oder einen Sulfonsäurerest darstellen kann. Wie die Reste R_6 und R_7 , so können auch die Reste R_8 und R_9 gleichartig oder voneinander verschieden sein. R_8 und R_9 sind Phenylreste oder substituierte Phenylreste, wobei als Substituenten die folgenden Atome oder Atomgruppen in Frage kommen: Alkyl-, Hydroxyalkyl- oder Alkoxyreste mit 1 - 5 C-Atomen, weiterhin Chlor, Nitril-, Carboxyl-, Sulfonsäure-, Chlorsulfonyl-, oder Sulfonamid-reste, wobei einer der Amidwasserstoffatome oder beide durch Alkylreste mit 1 - 5 C-Atomen oder Hydroxyalkylreste mit 2 - 4 C-Atomen ersetzt sein können bzw. wobei der Amidstickstoff Teil eines heterocyclischen Ringes sein kann. Bevorzugt kommen als Reste R_8 und R_9 die Reste Chlorphenyl-, Nitrilophenyl-, Alkylphenyl-, Hydroxyalkylphenyl-, Alkoxyphenyl-, Carboxyphenyl-, und Sulfo-phenyl- in Frage, wobei alle diese Phenylreste als zweiten Substituenten noch eine Sulfonsäuregruppe enthalten können. Wie die Sulfonsäuregruppe, so können auch die Substituenten -Cl, -CN, und -COOH zweimal an einem Phenylrest vorhanden sein. Weiter gehören zu den bevorzugt in Frage kommenden Substituenten R_8 und R_9 die Reste Sulfamidophenyl- $(-C_6H_4-SO_2-NH_2)$ und Morpholinosulfo-phenyl- $(-C_6H_4-SO-NC_4H_4O)$.

Soweit die erfindungsgemäß einzusetzenden Aufheller Sulfonsäuren oder Carbonsäuren darstellen, werden sie bevorzugt in Form ihrer wasserlöslichen Salze der Alkalien, des Ammoniums oder der Amine bzw. Alkylolamine mit 1 - 6 C-Atomen im Molekül eingesetzt.

Zwecks Verbesserung der Plastifizierbarkeit enthalten die Tabletten Magnesium- oder Calciumseifen von Palmitin-, Stearin- oder Arachinsäure bzw. deren Gemische. Bevorzugt wird Magnesiumstearat in Mengen von 0,2 bis 1,0 Gew.-% verwendet. Weiterhin sind sogenannte Trennmittel anwesend, die das Ablösen der Tabletten von den Preßwerkzeugen fördern. Geeignet sind z.B. feinteilige bzw. kolloidale Kieselsäure, insbesondere das unter dem Handelsnamen "Aerosil" bekannte Präparat, ferner Aluminium- und Magnesiumoxid, Phosphate Carbonate und Silikate des Calciums und Magnesiums sowie Alumosilikate bzw. diese enthaltende Mineralien, z.B. Bentonit, sowie deren Gemische. Vorzugsweise wird feinteiliges Siliciumdioxid (Aerosil) in Mengen von 0,2 bis 2 Gew.-% verwendet.

Zur Verbesserung des Lösungsvermögens können die Tabletten bis 4 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2 Gew.-% eines Netzmittels enthalten, beispielsweise Natriumlaurylsulfat, Natriumdioctylsulfosuccinat, Natriumalkylsulfonat mit 10 bis 15 C-Atomen, Natriumalkylarylsulfonate bzw. andere oberflächenaktive Stoffe. Weiterhin können Farbstoffe bzw. Pigmente anwesend sein, um den Tabletten eine auffällige Färbung oder Sprengelung zu verleihen bzw. intensiv schmeckende, physiologisch unbedenkliche Bitterstoffe, um einer Verwechslung mit medikamentösen Tabletten vorzubeugen.

Die erfindungsgemäßen Tabletten können demnach die folgende Zusammensetzung aufweisen (in Gewichtsprozent):

- 1 - 38,5 %, vorzugsweise 5 bis 25 % mindestens eines optischen Aufhellers,
- 59,5 - 35 %, vorzugsweise 70 - 85 % an nativer Stärke, wobei 30 - 60 % auf Kartoffelstärke und 20 - 50 % auf partiell abgebaute Stärke entfallen,
- 1 - 10 %, vorzugsweise 2 - 5 % an faserförmiger Cellulose,
- 0 - 6 %, vorzugsweise 1 - 5 % an Carboxymethylstärke,
- 0,2 - 1,5 %, vorzugsweise 0,3 - 1 % an Calcium- oder Magnesiumseifen, insbesondere Magnesiumstearat,
- 0,3 - 3 %, vorzugsweise 0,4 - 1 % an feinteiligen anorganischen Trennmitteln, insbesondere kolloidales SiO_2 (Aerosil[®]),
- bis 4 %, vorzugsweise 0,1 - 2 % eines grenzflächenaktiven Netzmittels,
- bis 1 % an Farbstoffen, Pigmenten, Bitterstoffen.

Das Mischen der vorgenannten Bestandteile und Verpressen erfolgt in üblicher Weise, ohne daß ein vorheriges Granulieren erforderlich ist. Der Preßdruck kann 100 bis 1000 kg/cm² betragen. Ein Durchmesser der Tabletten von 10 - 30 mm und eine Dicke von 2 bis 20 mm hat sich als zweckmäßig erwiesen, da Tabletten dieser Größe gut zu handhaben sind, mit genügender Geschwindigkeit in kaltem Wasser zerfallen und ausreichend groß sind, um die für das Waschen einer Wäschemenge von 2 - 6 kg (übliche Füllung einer Haushaltswaschmaschine) notwendige Aufhellermenge aufzunehmen. Diese Menge ist so bemessen, daß auf 100 g Waschmittel 0,01 bis 1, vorzugsweise 0,05 bis 0,5 g an optischen Aufhellern zur Anwendung kommen, wofür im allgemeinen 1 bis 3 Tabletten erforderlich sind.

Die Konfektionierung der Tabletten kann in der Weise erfolgen, daß sie in eine Metall- oder Kunststoffolie eingesiegelt und in die mit Waschmittel gefüllte Packung eingelegt oder an der Außenseite der Packung angebracht werden. Im letzteren Falle weist die Packung vorzugsweise entsprechend eingeprägte Vertiefungen zur Aufnahme der Tabletten auf.

Die in der erfindungsgemäßen Weise zusammengesetzten Tabletten weisen eine Reihe von fertigungstechnischen Vorteilen auf; insbesondere werden Schwierigkeiten, die sich aus Qualitätsschwankungen der verwendeten nativen Kartoffelstärke ergeben können, weitgehend vermieden. Sie neigen nicht zum Kleben an den Preßwerkzeugen und zeichnen sich durch eine gute Abrieb- und Bruchfestigkeit aus, was sie zur Weiterverarbeitung auf automatischen Dosierungs- und Verpackungsvorrichtungen besonders geeignet macht. Trotz dieser verbesserten Festigkeitseigenschaften sind die Zerfallszeiten in kaltem Wasser nur sehr kurz und nehmen auch bei längerer Lagerung nicht zu.

B e i s p i e l

=====

Zur Herstellung der Tabletten wurden folgende Bestandteile 5 Minuten in einer Mischtrommel trocken gemischt:

- 11,6 Gew.-% Natriumsalze der 4,4'-Bis-(2-anilino-4-morpholino-triazinyl-6-ylamino)-stilben-2,2'-disulfonsäure als optische Aufheller
- 47,8 Gew.-% native Kartoffelstärke (Wassergehalt 18 %)
- 30,0 Gew.-% abgebaute Stärke (Viskosität bei 20° C in 5%iger wäßriger Lösung 4 500 cP)
- 5,0 Gew.-% Cellulose (mittlere Faserlänge 0,4 mm)
- 3,0 Gew.-% Carboxymethylstärke (aus Kartoffelstärke, 0,25 Carboxymethylgruppen pro Anhydroglucose)
- 0,5 Gew.-% Magnesiumstearat
- 0,6 Gew.-% kolloidale Kieselsäure (Aerosil)
- 1,5 Gew.-% Na-Laurylsulfat

Das Gemisch wurde mittels einer kontinuierlich arbeitenden Tablettierungsmaschine zu kreisrunden Tabletten mit einem Durchmesser von 20 mm, einer Dicke von 4,3 mm und einem Gewicht von 1,55 g verpreßt.

Die Bruchfestigkeit der Tabletten wurde an 5 Proben mit dem "Hardness-Tester" der Fa. Pfizer bestimmt. Zur Bestimmung des Abriebs wurden 45 Tabletten in 100 ml fassenden Kunststoffflaschen unter Verwendung eines "Turbulamischers Typ T2A" der Fa. Schatz (Schweiz) während 60 Minuten aneinander gerieben, wobei der Mischer 40 Bewegungen pro Minute ausführte. Die Zähigkeit wurde getestet, indem man die Tabletteneiner Fallbelastung unterwirft, und zwar läßt man sie aus 4 m Höhe auf eine harte Fläche (Steinplatte) auftreffen. Entsprechend der Anzahl der Teile, in die die Tablette zerspringt, wird die Zähigkeit wie folgt bewertet:

- 1 = Tablette zerbricht nicht
- 2 = Tablette zerbricht in 2 Teile
- 3 = Tablette zerbricht in 3 Teile
- 4 = Tablette zerbricht in 6 Teile
- 5 = Tablette zerbricht in mehr als 6 Teile

Die Ergebnisse aus 5 Bestimmungen werden gemittelt.

Zur Prüfung der Zerfallgeschwindigkeit wurden eine Tablette in 200 ml Wasser von 18°C und 16° dH, abgefüllt in einem 400 ml fassenden Becherglas, eingeworfen. Nach einer Ruhezeit von 10 Sekunden wurde mittels eines Magnetrührers die Lösung durchmischt. Die Länge des mit Teflon umhüllten Rührstabs betrug 30 mm, die Dicke 7 mm und die Umdrehungszahl 500 pro Minute. Gemessen wurde in 5 Versuchen die Zeit in Sekunden, nach der die Tabletten so weit zerfallen waren, daß sie rückstandsfrei ein Sieb mit 1,6 mm Maschenweite passierten. Weiterhin wurde das Einspülverhalten der Tabletten unter praxisnahen Bedingungen untersucht, indem 2 Tabletten in den Einspülkasten einer vollautomatischen Haushaltswaschmaschine (AEG-Lavamat Regina) eingelegt und die Zeit bis zur vollständigen Einspülung gemessen wurden. Die eingespeiste Wassermenge betrug 10 l/min. Aus 6 Bestimmungen wurde der Mittelwert gebildet.

Die Bestimmungen wurden 1 Tag nach Herstellung sowie nach vierwöchiger Lagerung bei Raumtemperatur (22°C, 75 % Luftfeuchtigkeit) sowie bei 50°C im Trockenschrank im unverpackten und im eingesiegelten Zustand (PVC-Folie) durchgeführt. Zum Vergleich wurde in gleicher Weise hergestellte Tabletten herangezogen, bei denen die abgebaute Stärke und die Carboxymethylstärke durch native Kartoffelstärke ersetzt war, so daß deren Gesamtanteil 80,8 Gew.-% betrug.

12

2362595

Auf die Bestimmung des Abriebs und der Zähigkeit nach 4 Wochen wurde verzichtet, da diese Eigenschaften nur für die Herstellung und das Verpacken eine Rolle spielen.

Die Ergebnisse zeigen, daß die erfindungsgemäßen und die zum Vergleich herangezogenen Tabletten zu Beginn des Versuches etwa die gleichen mechanischen Eigenschaften aufweisen, wobei die Bruchfestigkeit der ersteren sogar noch etwas größer ist. Die Bruchfestigkeit bleibt im Falle der erfindungsgemäßen Tabletten während der Lagerung erhalten, während sie im Vergleichsversuch abnimmt. Wesentlicher sind jedoch die Unterschiede im Lösungsverhalten. Während Zerfalls- und Einspülzeiten der erfindungsgemäßen Tabletten sich bei der Lagerung nicht verschlechtern, nehmen sie bei den Vergleichsproben während der Lagerung, insbesondere bei 22° C, erheblich zu.

	Eigenschaft	nach Herstellung	nach 4 Wochen			
			eingesiegelt		offen	
			22° C	50° C	22° C	50° C
Bei- spiel	Bruchfestig- keit (kp)	5,6	6,4	5,3	5,3	4,4
	Abrieb (%)	2,4	-	-	-	-
	Zähigkeit	1 - 2	-	-	-	-
	Zerfallszeit (sec)	30	30	30	20	25
	Einspülzeit (sec)	12	13	10	18	10
Ver- gleich	Bruchfestig- keit (kp)	4,0	3,9	3,3	3,1	2,9
	Abrieb (%)	3,1	-	-	-	-
	Zähigkeit	1 - 2	-	-	-	-
	Zerfallszeit (sec)	33	180	60	180	60
	Einspülzeit (sec)	10	150	13	38	13

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Zur Anwendung mit Textilwaschmitteln geeignete, optische Aufheller enthaltende Tablette nach Patent (Patentanmeldung P 23 21 693.5), dadurch gekennzeichnet, daß die darin enthaltene Kartoffelstärke teilweise durch eine partiell abgebaute Stärke ersetzt ist und das Gewichtsverhältnis von Kartoffelstärke zu partiell abgebauter Stärke 5 : 1 bis 1 : 2 beträgt.
2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Gewichtsverhältnis von Kartoffelstärke zu Maisstärke 3 : 1 bis 1 : 1 beträgt.
3. Mittel nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß es 1 bis 5 Gewichtsprozent einer Carboxymethylstärke enthält.
4. Mittel nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Carboxymethylstärke einen Substitutionsgrad von 0,15 bis 0,5 Carboxymethylgruppen Anhydroglucose-Einheit aufweist.